

Análise da Técnica de SSFP para Aquisição Rápida de Espectros de RMN ^{13}C .

Poliana Macedo dos Santos (PG)^{1,2*}, André Alves de Souza (PG)³, Luiz Alberto Colnago (PQ)²

poliana@cnpdia.embrapa.br

¹Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos-SP; ²Embrapa Instrumentação Agropecuária, São Carlos-SP; ³Instituto de Física de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos-SP.

Palavras Chave: ^{13}C RMN, SSFP, Acetato de Etila

Introdução

A técnica de Ressonância Magnética Nuclear (RMN) no Estado Estacionário de Precessão Livre (SSFP) foi primeiramente avaliada por Ernst e Anderson¹ como método rápido para aquisição de espectros de RMN. No entanto, eles observaram que os sinais obtidos com esta técnica apresentavam problemas de anomalia de fase e amplitude do sinal. Freeman e Hill² no ano de 1971 desenvolveram uma metodologia com o objetivo de minimizar estes problemas. Este método baseava-se na aquisição de vários espectros de RMN com diferentes valores aleatórios do tempo de repetição (T_r) entre os pulsos. No entanto, esta proposta não foi adotada pelos usuários de RMN por não ser de uso geral e pelas dificuldades instrumentais. Assim, o objetivo desse trabalho foi avaliar a proposta de Freeman e Hill, bem como propor novas seqüências a fim de eliminar as anomalias de fase e amplitude do sinal.

Resultados e Discussão

As análises de RMN ^{13}C foram realizadas em um espectrômetro Varian Inova de 9,4T (400MHz para o núcleo de ^1H e 100,5 MHz para o núcleo de ^{13}C). Primeiramente, avaliou-se a vantagem da técnica de SSFP sobre a metodologia padrão³ para quantificação de ^{13}C em acetato de etila ($\text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}_3$). Os resultados obtidos podem ser visualizados nas Figuras 1A e 1B, nas quais verifica-se que, para mesma razão sinal ruído (S/R), tem-se uma redução de 2,4 vezes no tempo de análise com a técnica SSFP.

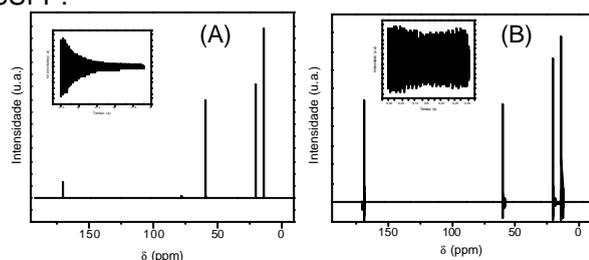


Figura 1. Espectros de ^{13}C de acetato de etila obtidos com a técnica (A) padrão e (B) SSFP.

Em seguida, analisou-se a proposta de Freeman e Hill para eliminação dos problemas de anomalia de

fase e amplitude do sinal nos espectros RMN no SSFP (Figura 2A). Na figura, observa-se uma minimização nos problemas de anomalia de fase e amplitude do sinal quando comparada com a seqüência inicial (Figura 1B). No entanto, verificou-se que estes problemas não são totalmente eliminados e que a utilização de valores aleatórios para T_r apresenta algumas desvantagens. Assim, desenvolveu-se uma seqüência na qual as variações de T_r foram igualmente espaçadas dentro de uma faixa de tempo bem definida (Figura 2B).

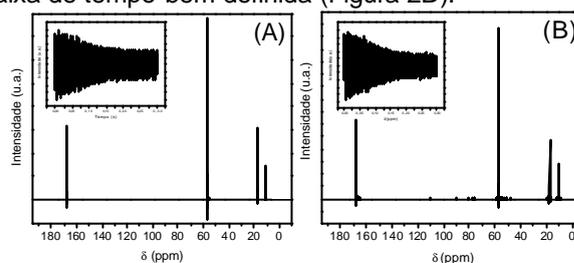


Figura 2 Espectros de ^{13}C obtidos com a técnica SSFP com variações de T_r (A) aleatórias e (B) fixas.

De acordo com a Figura 2B, pode-se verificar que a utilização de variações fixas para T_r proporciona uma melhora significativa nos problemas de fase do espectro, quando comparado com o método de Freeman e Hill. Este resultado pode ser observado tanto no sinal no domínio do tempo (FID) quanto no domínio da freqüência.

Conclusões

A técnica SSFP possibilita a aquisição rápida de espectros de ^{13}C de RMN com aumento significativo da S/R. A metodologia desenvolvida para eliminação dos problemas de anomalia de fase e amplitude do sinal demonstrou-se mais precisa quando comparada com a desenvolvida por Freeman e Hill.

Agradecimentos

FAPESP

¹ Ernst, R.R.; Anderson, W.W. *The Review of Scientific Instrument*. **1966**, *37*, 93.

² Freeman, R.; Hill, H.D.W. *Journal of Magnética Resonance*. **1971**, *4*, 366.

¹ Braum, S.; Kalinowski, O.H.; Berger, S. 150 and More Basic NMR Experiments. **1998**, 50.